

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 2月14日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-037736

[ST.10/C]:

[JP2001-037736]

出 願 人

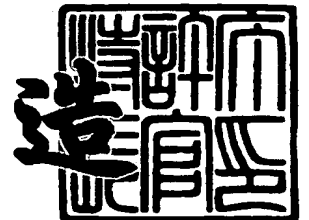
Applicant(s):

松下電器産業株式会社

2002年 1月18日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3116413

【書類名】 特許願
【整理番号】 2038820622
【提出日】 平成13年 2月14日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 H01L 21/203
H01L 21/363

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内

【氏名】 鈴木 信靖

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内

【氏名】 吉田 岳人

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内

【氏名】 牧野 俊晴

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内

【氏名】 山田 由佳

【特許出願人】

【識別番号】 000005821

【氏名又は名称】 松下電器産業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100082692

【弁理士】

【氏名又は名称】 蔵合 正博

【電話番号】 03-5210-2681

【選任した代理人】

【識別番号】 100081514

【弁理士】

【氏名又は名称】 酒井 一

【電話番号】 03-5210-2681

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013549

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0016258

【その他】 国等の委託研究成果に係る特許出願（平成12年度新エネルギー・産業技術総合開発機構再委託研究、産業活力再生特別措置法第30条の適用を受けるもの）

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高純度標準粒子作製装置及び高純度標準粒子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高純度粒子を雰囲気ガス中におけるレーザーアブレーションにより生成する粒子生成室と、前記粒子生成室で生成された高純度粒子から所望の粒径を有する高純度標準粒子を分級する粒子分級室と、高純度標準粒子を捕集する粒子捕集室と、を具備したことを特徴とする高純度標準粒子作製装置。

【請求項 2】 前記粒子分級室において、粒子分級手段を複数配置したことを特徴とする請求項 1 記載の高純度標準粒子作製装置。

【請求項 3】 前記粒子分級室の下流において、高純度標準粒子を赤外線輻射加熱により熱処理する工程を有することを特徴とする請求項 1 ないしは 2 記載の高純度標準粒子作製装置。

【請求項 4】 前記雰囲気ガスとして供給される原料ガス中に含まれる不純物を実質的に除去するためのガス精製手段を設けたことを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載の高純度標準粒子作製装置。

【請求項 5】 前記粒子捕集室において、高純度標準粒子流路中に配管の断面積を減じるオリフィスを設けたことを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の高純度標準粒子作製装置。

【請求項 6】 請求項 1 から 5 のいずれかに記載の高純度標準粒子作製装置を用いて作製した高純度標準粒子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は高純度標準粒子作製装置及び高純度標準粒子に関するものであり、特に、半導体や液晶ディスプレイの製造プロセスの気相中に含まれる nm サイズの高純度粒子を管理するために使用される粒子計数器の検定や、半導体や液晶ディスプレイの製造プロセスの気相中に含まれる nm サイズの高純度粒子を除去するために用いられるフィルタの捕集効率測定に不可欠な nm サイズの標準粒子作製技術、及び量子サイズ効果から様々な機能発現が期待できる、nm サイズで単分

散した高純度高純度粒子の作製技術に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

現在の半導体産業においては、パターンサイズとして $0.13\mu\text{m}$ が実現されようとしており、 $0.18\mu\text{m}$ のサイズは大量生産されるに至っている。このパターンサイズの微細化の進展に伴い、歩留まりを左右するプロセス中の汚れの残存量を徹底管理する必要が生じている。特に、重金属・炭素等の化学成分を含む nm サイズの汚染粒子では、粒子自体によるデバイス回路の断線・短絡等の障害のみならず、製造プロセスに伴う熱処理過程で拡散した不純物による汚染が及ぼす影響も無視できず、徹底管理する必要がある。

【0003】

一方、 nm サイズの粒子を不純物以外の観点から観ると、 10nm 以下の大きさの粒子では、バルク状態では示されなかった物性や機能を発揮することがある。例えば発光機能を例にとると、間接遷移型半導体であるためにバルクでは極めて発光しにくい、シリコン (Si) やゲルマニウム (Ge) などのIV族元素も、数 nm の大きさのナノ粒子になると、室温で強い可視発光を示し出すことが知られている。しかしながら、ナノ粒子は表面露出原子の割合が大きいため（粒径 5nm で40%に達する）、不純物の混入や結晶欠陥の発生に極めて敏感であり、高度な機能素子化への展開が困難であると考えられてきた。さらに、新たな物性や機能は量子サイズ効果と呼ばれる、粒子の大きさに律則される現象であるため、単色発光等に代表される機能の高度化のためには、粒子の大きさを積極的に揃えて、単分散の粒子を得る必要がある。

【0004】

従来の nm サイズの粒子作製手法としては、コロイド法、ガス中蒸発法等が挙げられる。コロイド法は、高分子界面活性剤を共存させ、アルコール中で金属塩を環流条件下で還元することにより、高分子で被覆された金属粒子がコロイド状で生成する手法であり、低温合成法であり、他の方法に比べ粒子径の制御が比較的容易で、均一な粒子が得やすいといわれている。また、アーク放電や抵抗加熱を用いたガス中蒸発法等の気相成長法では金属のみならず、蒸発可能な化合物を

不活性ガス中で蒸発させ、冷却することにより粒子化する手法である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

ゾルゲル法で作製可能なnmサイズの粒子は、材料がアルコールに可溶な材料に限られており、さらに、作製される粒子も高分子で被覆されたものとなり、材料選択性の点で課題を有する。また、アーク放電や抵抗加熱を用いたガス中蒸発法による気相成長では高融点材料を原材料とする場合、反応槽内における加熱部が比較的大きな領域になる上、蒸発坩堝等との反応も無視できず原材料の化学量論組成を保った高純度粒子を得ることは難しい。加えて粒径分布の幾何標準偏差が比較的大きいため、単分散の標準粒子として用いることは困難である。

【0006】

上記従来の技術で述べたようにnmサイズの高純度標準粒子を作製するためには、前述したように作製手法として、より清浄でダメージの少ないプロセスが求められている。

【0007】

本発明は上記の課題に鑑みなされたものであって、広い材料選択性を持って、単分散した均一構造を有するnmサイズの高純度標準粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製しうる、高純度標準粒子作製装置並びに高純度標準粒子を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために本発明の高純度標準粒子作製装置は、高純度粒子を雰囲気ガス中におけるレーザーアブレーションにより生成する粒子生成室と、前記粒子生成室で生成された高純度粒子から所望の粒径を有する高純度標準粒子を分級する粒子分級室と、高純度標準粒子を捕集する粒子捕集室から構成したものである。

【0009】

これにより、広い材料選択性を持って、単分散した均一構造を有するnmサイズの高純度標準粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製・捕集する

ことができる。

【0010】

上記のような特徴を有する発明として、本発明の請求項1に記載の発明は、高純度粒子を雰囲気ガス中におけるレーザーアブレーションにより生成する粒子生成室と、前記粒子生成室で生成された高純度粒子から所望の粒径を有する高純度標準粒子を分級する粒子分級室と、高純度標準粒子を捕集する粒子捕集室と、を具備したことを特徴とする高純度標準粒子作製装置であり、広い材料選択性を持って、単分散した均一構造を有するnmサイズの高純度標準粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製・捕集するという作用を有する。

【0011】

本発明の請求項2に記載の発明は、粒子分級室において、粒子分級手段を複数配置したことを特徴とする高純度標準粒子作製装置であり、標準粒子の粒子径の分布幅をよりいっそう狭めるという作用を有する。

【0012】

本発明の請求項3に記載の発明は、分級室の下流において、高純度標準粒子を赤外線輻射加熱により熱処理する工程を有することを特徴とする高純度標準粒子作製装置であり、凝集により種々の形状を有する高純度標準粒子を球形化し、さらには結晶性を向上するという作用を有する。

【0013】

本発明の請求項4に記載の発明は、雰囲気ガスとして供給される原料ガス中に含まれる不純物を実質的に除去するためのガス精製手段を設けたことを特徴とする高純度標準粒子作製装置であり、例えば酸素等の雰囲気ガス中の不純物と生成された粒子の汚染を抑制することにより作製される標準粒子の高純度化が可能となる。

【0014】

本発明の請求項5に記載の発明は、粒子捕集室において、高純度標準粒子流路中に配管の断面積を減じるオリフィスを設けたことを特徴とする高純度標準粒子作製装置であり、オリフィス前後の圧力差を大きくすることにより、標準粒子のオリフィスからの噴出速度を向上するとともに、オリフィス噴出後の標準粒子の

移動度を増加させ、慣性力による集中堆積を可能とし、nmサイズの標準粒子の捕集効率を向上するという作用を有する。

【0015】

本発明の請求項6に記載の発明は、上記高純度標準粒子作製装置を用いて作製した高純度標準粒子であり、材料種を問わない、単分散した均一構造を有するnmサイズの高純度標準粒子を実現するという作用を有する。

【0016】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の高純度標準粒子作製装置を、実施の形態として、図1から図6を用いて詳細に説明する。図1は本実施の形態における高純度標準粒子作製装置の全体構成の一例を示したものであり、微粒子を生成する粒子生成室101と、生成された微粒子を粒径によって分級する粒子分級室102と、分級された微粒子を加熱する標準粒子加熱部103と、加熱後の高純度標準粒子を捕集する粒子捕集室104とから構成されている。

【0017】

ここで、粒子生成室101の構成は基本的に、図2に示された構成を有する。図2は粒子生成室101の基本的な構成を示す断面図である。この図に示されているように、粒子生成室101は、高純度粒子生成室101内にガス精製器211、マスフローコントローラ201を介して一定質量流量 Q_a （例えば1.0l/min）でキャリアガス202（例えば原料純度99.9999%のHe）をリング状に配されたガス噴き出し口を介して導入するガス導入系と、高純度粒子の搬送路に対して45度の位置に配された集光レンズ203で集光され、レーザー光導入窓204を介して粒子生成室101に導入される、パルスレーザー光205（例えばQスイッチNd-YAGレーザー第二次高調波、波長532nm、パルス幅7ns、パルスエネルギー0.5J）によって励起される、自転機構を有するターゲットフォルダー206に固定されたターゲット207（例えばタンタル（Ta）、純度99.5%、直径50mm、厚さ5mm）と、パルスレーザー光205によって励起（エネルギー密度177J/cm²）された、アブレーションルーム208の高純度粒子の搬送方向と同一の成長方向に配置された粒子取り込みパイプ209と、高純度粒子の作製プロセス前に粒子生成室101を 1×10^{-9} Torrより低い圧力の超高

真空中に排気する、ターボ分子ポンプを主体とした超高真空排気系210とから成る。そして、このような構成により高純度粒子を雰囲気ガス中におけるレーザーアブレーションにより生成する。

【0018】

また、粒子分級室102の構成は基本的に、図3に示された構成を有する。図3は粒子分級室102の基本的な構成を示す一部断面側面図である。この図に示されているように、粒子分級室102は、質量流量 Q_a で搬送される、粒子生成室101で生成された高純度粒子を、例えば放射性同位体アメリシウム Am^{241} を用いて一価に単極荷電する荷電室301、粒子生成室101から粒子捕集室103に向かって直線方向に配された、例えば4等配して構成される粒子流入管302と、粒子流入管302から荷電された高純度粒子が流入され、所望の粒径に粒子を分級する、二重円筒構造を有する微分型電気移動度分級装置303と、微分型電気移動度分級装置303内で一定質量流量 Q_c （例えば5.0l/min.）の流れを形成するためのシースガス304（例えば原料純度99.9999%のHe）を微分型電気移動度分級装置303に導入するマスフローコントローラ305と、二重円筒間に静電界を形成する直流電源306と、シースガスを高コンダクタンスの排気管を介して、ポンプの前段に配されたマスフローメータ307によって制御される、シースガスをヘリカルポンプ等で一定質量流量 Q_c で排気するシースガス排気系308とから成る。そして、このような構成により上記粒子生成室101で生成された高純度粒子から所望の粒径を有する高純度標準粒子を分級する。

【0019】

ここで、高純度粒子の荷電は、例えばエキシマランプ（ Ar_2 エキシマ、波長126nm）のような真空紫外光源を用いても良いし、放射性同位体と真空紫外光源の双方を同時に用いても一向に構わない。

【0020】

加えて、ここでは微分型電気移動度分級装置は1台の構成としているが、複数台を直列した構成とし、粒子径の分布幅をよりいっそう狭めても構わない。

【0021】

また、マスフローコントローラ305の上流にガス精製器を設置してシースガス

中に含まれる不純物を0.5ppb以下に除去することにより粒子の汚染を軽減することが可能である。

【0022】

さらに、粒子捕集室104の構成は基本的に、図4および図5に示された構成を有する。図4は粒子捕集室104の基本的な構成を示す断面図である。また、図5は粒子捕集室104の粒子捕集基板近傍の構成を示す断面図である。これらの図に示されているように、粒子捕集室104は、粒子生成室101で生成された高純度粒子が粒子分級室102で単一な粒径に分級されて、分級済みの高純度標準粒子を含むキャリアガスが流入し例えば直径4mmの先端部のオリフィス401から噴出されるノズル402と、捕集基板フォルダー403に固定され、高純度粒子が捕集される捕集基板404と、粒子捕集室103を高純度標準粒子作製前に 1×10^{-9} Torrより低い圧力の超高真空中に排気するターボ分子ポンプを中心に構成された超高真空排気系405と、粒子生成室101が一定圧力（例えば10Torr）に保持されるようにキャリアガスの差動排気を行うヘリカルポンプを中心に構成されたガス排気系406と、堆積室103において分級された一価に単極荷電された高純度粒子を捕集して濃度を電流として測定する微小電流測定端子407と、測定された微小電流を表示する微小電流計408とから成り、捕集基板404上に高純度標準粒子を捕集する。

【0023】

ここで、単一粒径・均一構造の高純度標準粒子の作製に関して図2から図6を用いて説明する。まず、高純度標準粒子の作製プロセス前に、ダメージ・汚染等の影響を排除するために図3のバルブ309を閉じ、粒子生成室101を、ターボ分子ポンプを主体とした図2の超高真空排気系210によって 1×10^{-9} Torrより低い圧力の超高真空中に排気後、超高真空排気系212を閉鎖する。

【0024】

同時に、粒子分級室102、粒子捕集室103を、ターボ分子ポンプを主体とした図4の超高真空排気系405によって 1×10^{-9} Torrより低い圧力の超高真空中に排気後、超高真空排気系405を閉鎖する。

【0025】

次に、図2のマスフローコントローラ201を用いて粒子生成室101に質量流量 Q_a

(ここでは0.5l/min) で、ガス精製器211を介することにより不純物濃度が0.5ppb以下となったキャリアガス202を導入する。

【0026】

次に、図3のバルブ310、バルブ311を開き、ヘリカルポンプを中心に構成された図4の粒子ガス排気系406を粒子生成室101の圧力を基準に制御し、差動排気を行うことで粒子生成室101を一定圧力P1 (例えば10Torr) に保持する。

【0027】

ここで、図2の集光されたパルスレーザー光205によってターゲット207の表面を励起し、アブレーション反応を生じさせターゲット207の表面に形成されている自然酸化膜、およびターゲット表面に付着している金属・炭素化合物等の不純物を完全に除去し、その後、図4のガス排気系406を閉鎖する。この時点では、パルスレーザー光205の発振は停止している。

【0028】

上記のように、ターゲット207の表面に形成されている自然酸化膜および付着している不純物を除去することにより、高純度粒子に混入する可能性のある、高純度粒子にとっての不純物である酸化物、およびターゲット表面に付着している金属・炭素化合物等の影響を取り除くことができる。

【0029】

次に、マスフローコントローラ201を調整し、一定質量流量Qa (標準状態1.0l/min) で、ガス精製器211を介することにより不純物濃度が0.5ppb以下となったキャリアガス202を導入する。

【0030】

同時に、図3のマスフローコントローラ305を用いて微分型電気移動度分級装置303に質量流量Qc (標準状態5.0l/min.) でシースガス304 (高純度希ガス、例えば純度99.9999%のHe) を導入する。

【0031】

ここで、ヘリカルポンプを主体としたガス排気系406を開き、高純度粒子生成室101内が一定圧力P1 (例えば10Torr) に保持されるようにキャリアガスを差動排気する。

【0032】

同時に、粒子分級室102に設けられた、ヘリカルポンプを主体としたシースガス排気系308を開き、マスフローメータ307の指示値が5.0l/minとなるように、マスフローメータ307の指示値を基準にしてシースガス排気系308を制御することで、シースガスを一定質量流量 Q_c で排気する。

【0033】

ここで、オリフィス401およびガス排気系406に設けられたコンダクタンス可変バルブの圧力損失により粒子捕集室103内は一定圧力 P_2 （例えば1.0Torr）に保持されている。

【0034】

上記のような手段でガス排気を行うことにより、高純度粒子生成室101の圧力を P_1 、堆積室の圧力を P_2 、シースガスの排気質量流量 Q_c を正確な値に制御することができる。

【0035】

さらに、例えばオリフィス401の開口径を2mmに変更することにより、ノズル402内の圧力 P_n と P_2 の圧力差を大きくする（ $P_n=7.4\text{Torr}$ 、 $P_2=0.1\text{Torr}$ ）こともできる。

【0036】

次に、パルスレーザー光205を発振させ、粒子生成室101に導入する。このとき、粒子生成室101では、パルスレーザー光205によって励起され、アブレーション反応によってターゲット207から脱離・射出された物質は雰囲気ガス分子に運動エネルギーを散逸するため、空中での凝縮・成長が促され数nmから数十nmの高純度粒子に成長する。

【0037】

ここで、上記のような手段で超高真空排気後、粒子生成室に不純物濃度が0.5ppb以下の高純度ガスを導入し一定圧力 P_1 に正確に制御・保持することにより、ほとんど汚染の影響なくnmサイズの粒子が高純度を保持して凝集・成長することが可能となる。

【0038】

さらに、短いパルス幅のパルスレーザーにより局所的に高エネルギーで励起を行うことにより、Taのような高融点金属（融点2172℃）や、パラジウムPdやプラチナPtのような通常の蒸発法では蒸発坩堝（例えばタングステンW）と合金を形成してしまうような材料でも雰囲気ガス中でのレーザーアブレーションによってnmサイズの高純度粒子を生成することができる。

【0039】

次に、粒子生成室101で生成された高純度粒子は粒子取り込みパイプ209を介して一定質量流量Qaのキャリアガスとともに荷電室301に搬送され、放射性同位体Am241のα線によって一価に単極荷電される。

荷電室301で一価に単極荷電された高純度半導体高純度粒子は、90度ごとに4等配された高純度粒子流入管302を介して、微分型電気移動度分級装置303に流入する。二重円筒型の微分型電気移動度分級装置303に流入した高純度半導体高純度粒子は直流電源306（例えば電圧-21.5V）によって形成された内外円筒間の静電界によって、所望の単一粒径（例えば粒径3.0nm）に分級される。

【0040】

ここで、上記のような手段で導入されるキャリアガス・シースガスの質量流量と、排気されるキャリアガス・シースガスの質量流量がそれぞれ等しくなるように制御してやることにより、微分型電気移動度分級装置303における分級精度を理論上の値に近づけることができる。

【0041】

また、比較的大きな粒子径（例えば20nm）を持つ高純度標準粒子は、より小さい粒子径（5nm以下）の粒子の凝集体504である場合があり、必ずしも球形の単一構造を取らないことがあるために、図6に示すような構成の標準粒子加熱部103で赤外線源501から輻射された赤外線502を合成石英窓503を介して照射することにより1000℃以上に加熱することにより、球状粒子505に再構成することができる。

【0042】

次に、微分型電気移動度分級装置303で分級された高純度標準粒子は、粒子捕集室103内に、キャリアガスとともに、ノズル402を介して搬送されオリフィス40

1から噴出し、捕集基板405上に捕集される。

【0043】

ここで、高純度標準粒子の捕集基板への捕集直前に分級された一価に単極荷電された高純度標準粒子を微小電流測定端子408で捕集し、微小電流計409によって捕集される際に行われる電子の授受を電流として測定することで、高純度標準粒子の単位時間あたりの捕集量（例えば20pAで約 8×10^4 個/cm³）を確認することができ、捕集時間を制御することにより捕集する標準粒子数を見積もることができる。

【0044】

また、前記のようにオリフィス401の開口径を2mmに変更することにより、ノズル402内の圧力PnとP2の圧力差を大きくする（Pn=7.4Torr、P2=0.1Torr）ことにより、キャリアガスの粒子捕集室への噴出速度が増加するとともに、粒子捕集室の圧力P2の低下に伴うノズル下流での粒子の移動度を増加させ高純度標準粒子自身の持つ慣性力による捕集基板への捕集効率を向上することができる。

【0045】

加えて、堆積基板405に直流電源407を用いてバイアス電圧（例えば100V）を印加し、液体窒素だめ408に液体窒素を導入し堆積基板405を冷却する（例えば-100℃）ことにより、高純度標準粒子の捕集効率をよりいっそう向上することもできる。

【0046】

上記のように、高純度粒子を雰囲気ガス中におけるレーザーアブレーションにより生成する粒子生成室と、前記粒子生成室で生成された高純度粒子から所望の粒径を有する高純度標準粒子を分級する粒子分級室と、高純度標準粒子を捕集する粒子捕集室から構成した高純度標準粒子作製装置を用いることにより、広い材料選択性を持って、単分散した均一構造を有するnmサイズの高純度標準粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製しうる、高純度標準粒子作製装置並びに高純度標準粒子を提供することができる。

【0047】

【発明の効果】

以上のように本発明によれば、広い材料選択性を持って、単分散した均一構造を有するnmサイズの高純度標準粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製しうる、高純度標準粒子作製装置並びに高純度標準粒子を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の一実施の形態における高純度標準粒子作製装置の全体構成図

【図2】

前記発明の実施の形態における粒子生成室の断面構成図

【図3】

前記本発明の実施の形態における粒子分級室の一部断面構成図

【図4】

前記本発明の実施の形態における粒子捕集室の断面構成図

【図5】

前記本発明の実施の形態における粒子捕集室の粒子捕集基板近傍の断面構成図

【図6】

前記本発明の実施の形態における標準粒子加熱部の断面構造図

【符号の説明】

101 粒子生成室

102 粒子分級室

103 標準粒子加熱部

104 粒子捕集室

201 マスフローコントローラ

202 キャリアガス

203 集光レンズ

204 レーザー光導入窓

205 パルスレーザー光

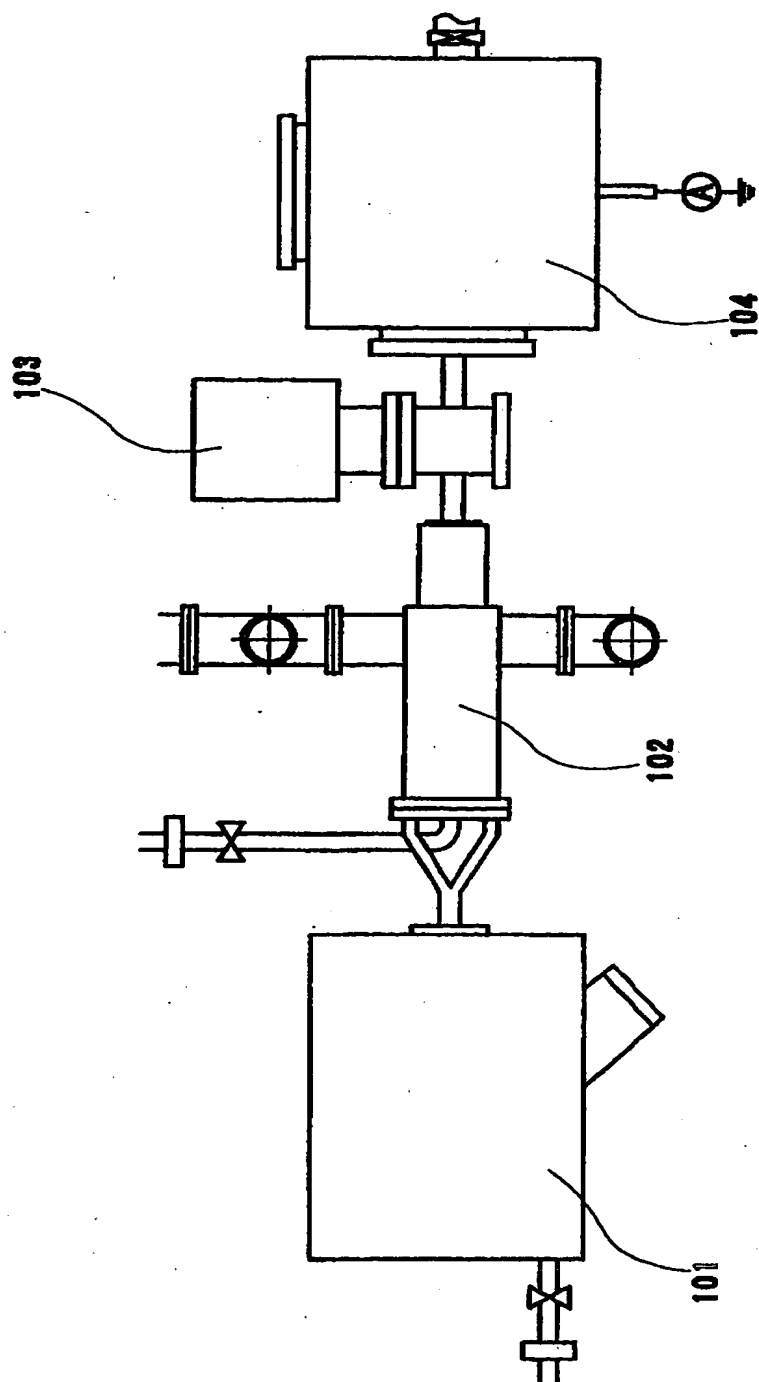
206 ターゲットフォルダー

207 ターゲット

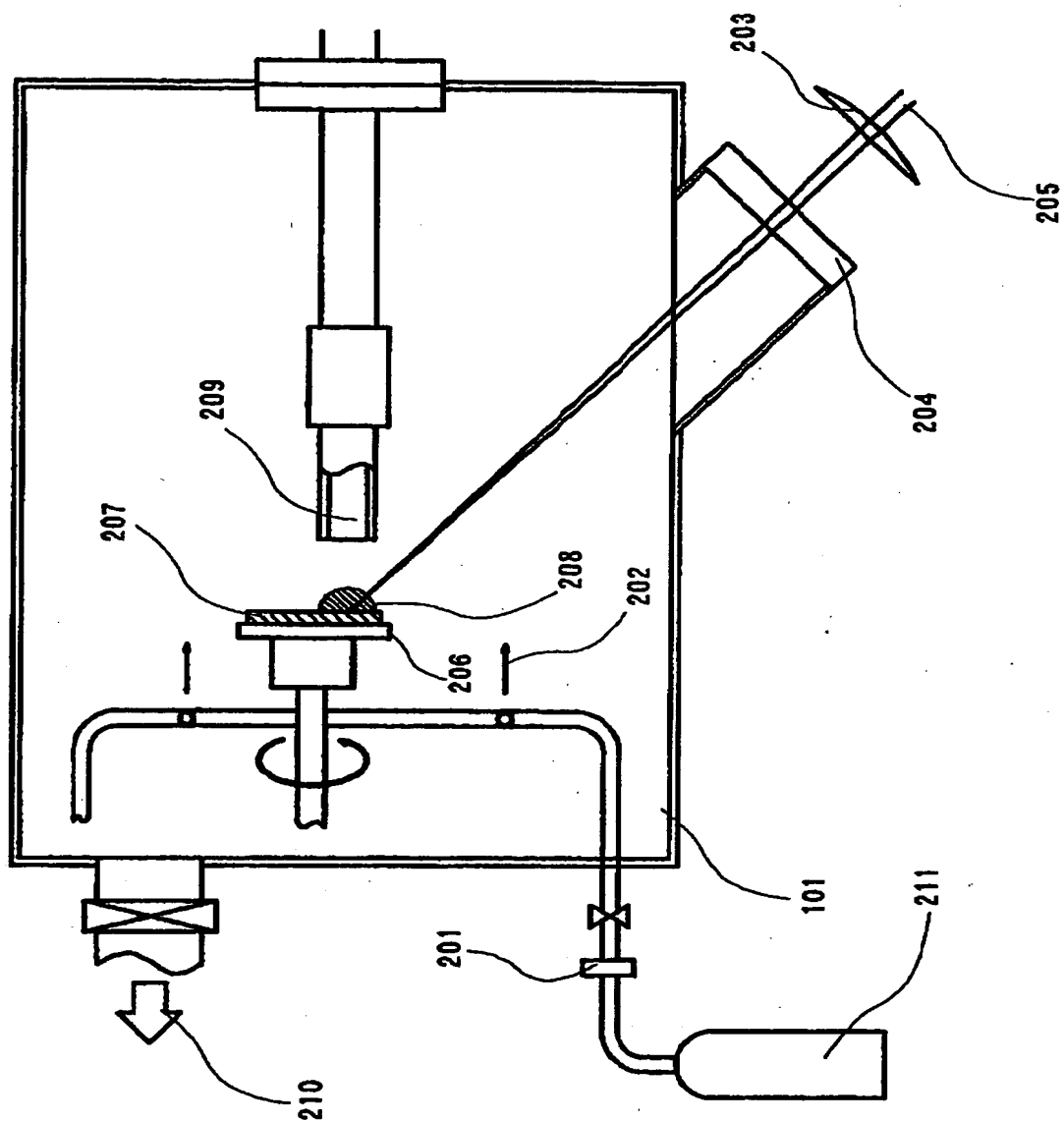
- 208 アブレーションブルーム
- 209 高純度粒子取り込みパイプ
- 210 超高真空排気系
- 211 ガス精製器
- 301 荷電室
- 302 高純度粒子流入管
- 303 微分型電気移動度分級装置
- 304 シースガス
- 306 直流電源
- 307 マスXローメータ
- 308 シースガス排気系
- 401 オリフィス
- 402 ノズル
- 403 捕集基板フォルダー
- 404 捕集基板
- 405 超高真空排気系
- 406 捕集室ガス排気系
- 407 直流電源
- 408 液体窒素だめ
- 409 微小電流測定端子
- 410 微小電流計
- 501 赤外線源
- 502 輻射赤外線
- 503 合成石英窓
- 504 凝集粒子
- 505 球状粒子

【書類名】 図面

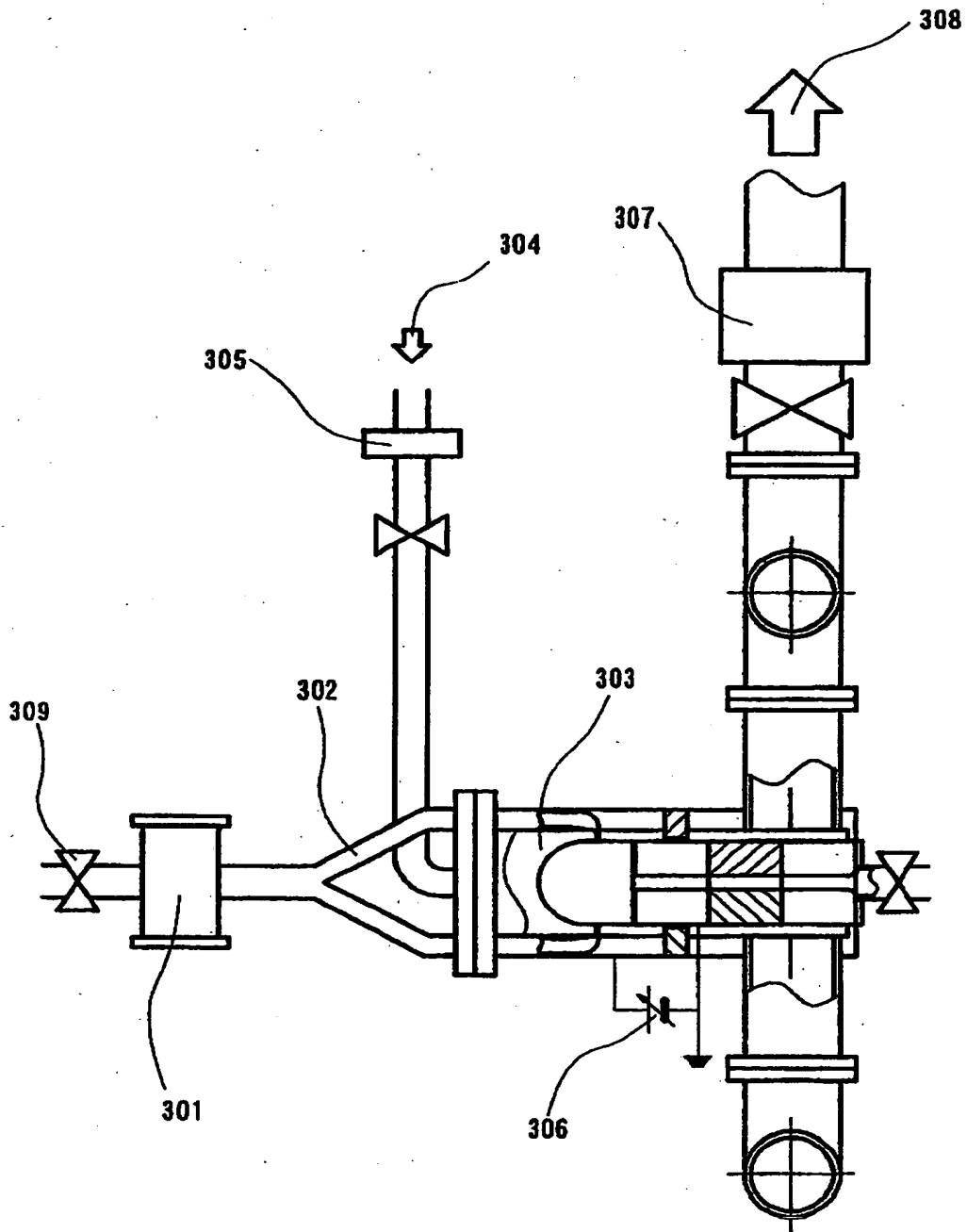
【図 1】



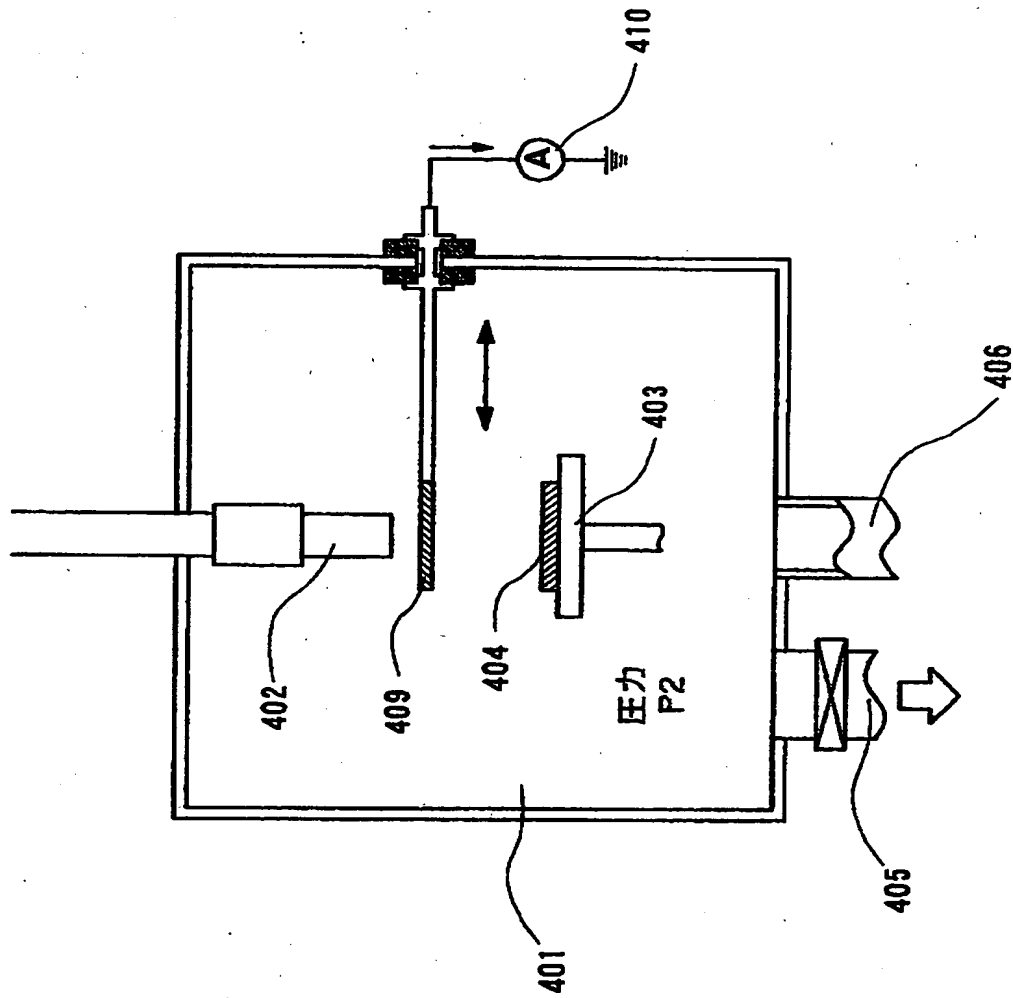
【図 2】



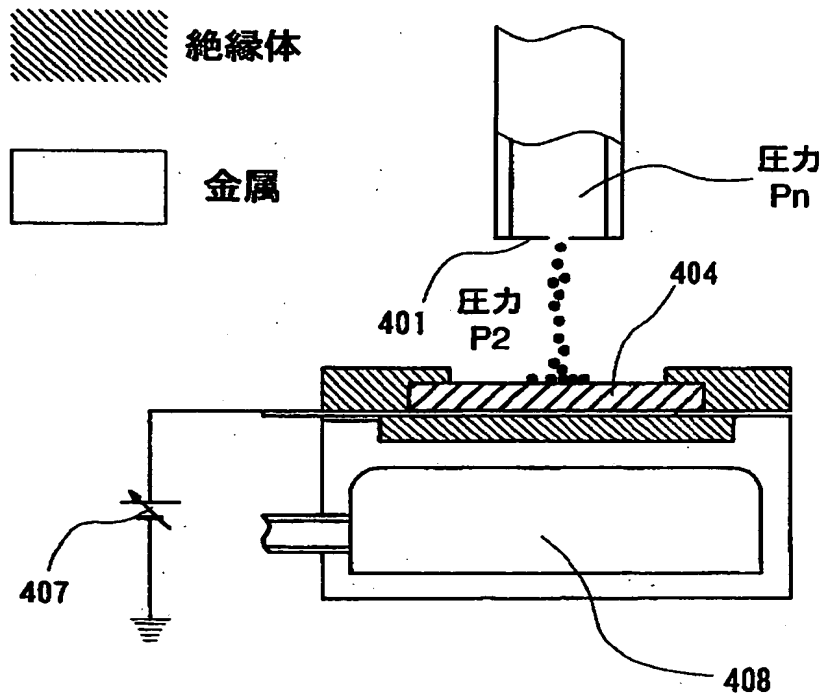
【図 3】



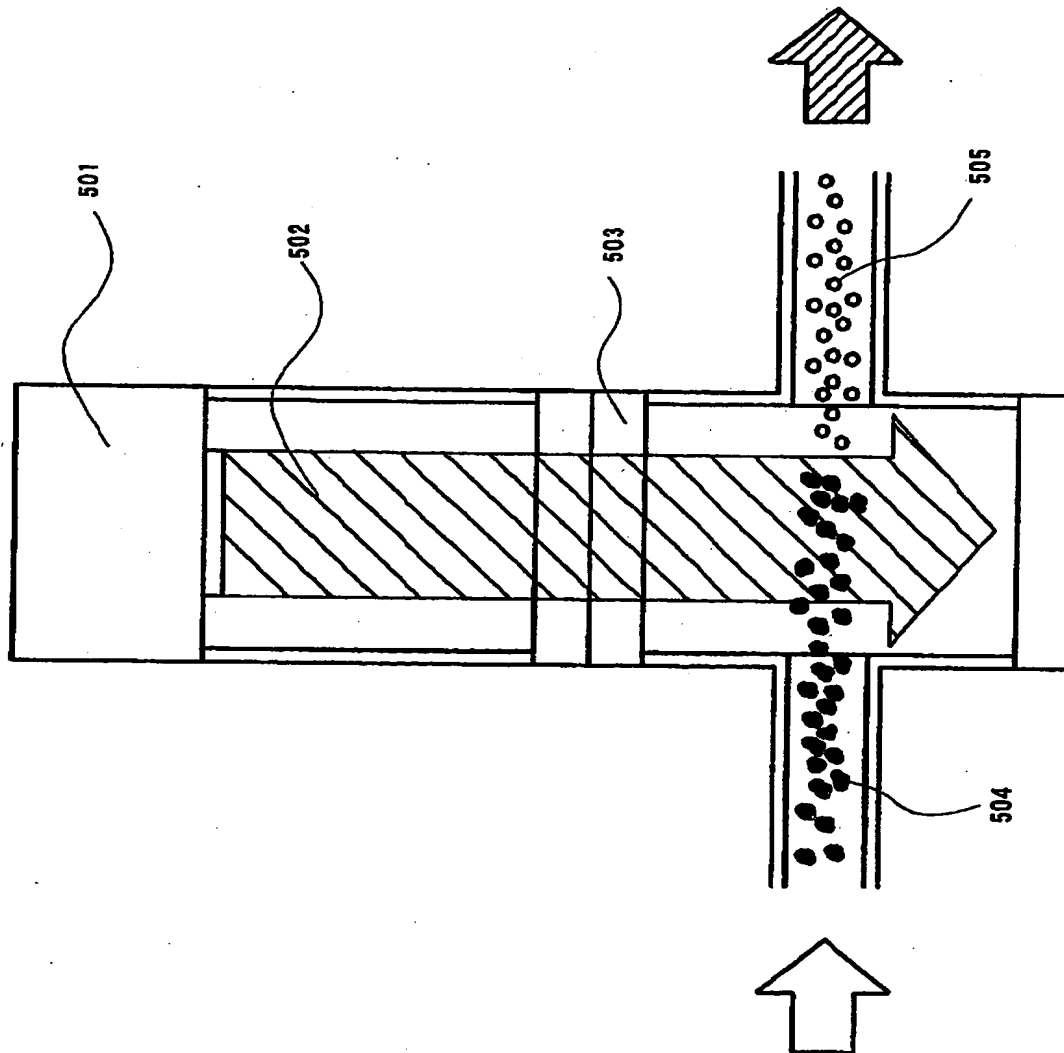
【図4】



【図 5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 広い材料選択性を持って、単分散した均一構造を有する n m サイズの高純度標準粒子を汚染・ダメージを軽減した状態で効率的に作製しうる、高純度標準粒子作製装置並びに高純度標準粒子を提供すること。

【解決手段】 低圧希ガス雰囲気下で半導体ターゲットをパルスレーザー光109で励起し、アブレーション反応によってターゲットの脱離・射出を行い、さらに空中で凝縮・成長させて高純度粒子を生成する粒子生成室101と、高純度粒子を分級する粒子分級室102と、高純度標準粒子を基板上に捕集する粒子捕集室103を用いて構成される高純度標準粒子作製装置である。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005821]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府門真市大字門真1006番地

氏 名 松下電器産業株式会社

CERTIFICATION

I, Masahiro zogo, a registered Patent Attorney residing at NO.622, Shuwa Kioicho TBR, 7, Kojimachi 5-chome, Chiyoda-ku, Tokyo Japan, am the translator of the accompanying certified copy of the document in respect of Japanese Patent Application No. 2001-37736 filed on February 14, 2001 and of the official certificate attached thereto, and certify that the following is a true and correct translation into English languages of the certified copy of Japanese Patent Application identified above to the best of my knowledge and belief.


Masahiro Zogo

Signed this 15th day of April, 2004.

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application filed with this Office.

Date of Application: February 14, 2001

Application Number: Patent Application No. 2001-37736

Applicant: Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.

January 18, 2002

Commissioner,
Patent Office

Kozo OIKAWA

Certificate Issuance Number Certificate Pat. 2001-3116413

【Document's Name 】 Patent Application
【Document's Number 】 2038820622
【Date of Application 】 February 14, 2001
【Direction 】 Commissioner, Patent Office
【International Patent Classification 】 H01L 21/203
【International Patent Classification 】 H01L 21/363
【Inventor】
 【Address or Residence】 c/o Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.,
 1006, Oaza Kadoma, Kadoma-shi, Osaka Japan
 【Name】 Nobuyasu SUZUKI
【Inventor】
 【Address or Residence】 c/o Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.,
 1006, Oaza Kadoma, Kadoma-shi, Osaka Japan
 【Name】 Takehito YOSHIDA
【Inventor】
 【Address or Residence】 c/o Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.,
 1006, Oaza Kadoma, Kadoma-shi, Osaka Japan
 【Name】 Toshiharu MAKINO
【Inventor】
 【Address or Residence】 c/o Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.,
 1006, Oaza Kadoma, Kadoma-shi, Osaka Japan
 【Name】 Yuka YAMADA
【Applicant for Patent】
 【Code Number 】 000005821
 【Name or Appellation 】 Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
【Proxy 】
 【Code Number 】 100082692
 【Patent Attorney 】
 【Name or Appellation 】 Masahiro ZOGO
 【Telephone Number】 03-5210-2681
【Proxy Elected】
 【Code Number 】 100081514
 【Patent Attorney 】
 【Name or Appellation 】 Hajime SAKAI
 【Telephone Number】 03-5210-2681
【Designation of Official Fee 】
 【Number of Ledger of Advance Payment 】 013549
 【Amount of Fee 】 21000
【List of Articles Submitted】

【Name of Article 】	Specification	1
【Name of Article 】	drawings	1
【Name of Article 】	Abstract	1

【Number of General Power of Attorney】 0016258

【Other mention】 This is a patent application relating to a result of research entrusted from nation etc. (A research entrusted from New Energy Industrial Technique Comprehensive Development Organization in 2000 year, to which provisions of Article 30 of Special Action Law for Restoration of Industrial Activity is applied.)

[Document's Name] Specification

[Title of the Invention] HIGH-PURITY STANDARD PARTICLES PRODUCTION APPARATUS AND THE SAME PARTICLES

[Scope of Demand for Patent (Claims)]

[Claim 1] High-purity standard particles production apparatus comprising a particles generation chamber to generate high-purity particles by laser ablation in an ambient gas, a particles classification chamber to classify high-purity standard particles of a diameter as required from said high-purity particles as generated at said generation chamber and a particles collecting chamber to collect said high-purity standard particles as classified at said classification chamber.

[Claim 2] High-purity standard particles production apparatus according to claim 1 wherein a plurality of particles classification means are disposed in said particles classification chamber.

[Claim 3] High-purity standard particles production apparatus according to claim 1 or 2 wherein said high-purity standard particles are subjected to heating treatment by infrared radiation at a downstream of said particles classification chamber.

[Claim 4] High-purity standard particles production apparatus according to anyone of claim 1 to 3 wherein a gas refining means is provided to substantially remove impurities

contained in a raw material gas supplied as said ambient gas.

【Claim 5】 High-purity standard particles production apparatus according to anyone of claim 1 to 4 wherein an orifice is provided in said particles collecting chamber to reduce a piping cross section through a passage course of said high-purity standard particles.

【Claim 6】 High-purity standard particles produced by using a high-purity standard particles production apparatus specified in anyone of claim 1 to 5.

【Detailed Explanation of the invention】

【0001】

【Technical Field to which the invention belongs】

The present invention relates to a high-purity standard particles production apparatus and the same particles, especially, pertaining to a nanometer-sized standard particles production technique that is indispensable for verifying a particle counter that is used for controlling nanometer-sized high-purity particles and for measuring the collecting efficiency of a filter that is used for removing nanometer-sized impurity particles contained in the gas phase where a semiconductor or a liquid crystal is produced as well as to a production technique of nanometer-sized monodisperse high-purity standard particles that is prospective of various functional occurrences caused by quantum size effect.

【0002】

[Prior Art]

In the recent semiconductor industry, a pattern size in the nanometer scale of $0.13\ \mu\text{m}$ is to be soon realized while that of $0.18\ \mu\text{m}$ is in mass production. In accordance with the tendency to minify the pattern size, it requires that the remaining dusts present in the production process thereof that affect the yield of the production output be thoroughly controlled. Especially, not only nanometer-sized impurity particles containing such chemical components as heavy metal, carbon and so forth are in themselves capable of causing such inconveniences as the disconnection of a semiconductor device or the short-circuit thereof, but also contamination caused by the impurities dispersed during the heating treatment of the production process thereof gives significant affect on the quality control thereof, which should be held under thorough control.

[0003]

On the other hand, observing nanometer-sized particles apart from the contamination thereof by impurities, the particle of 10 nm or below happens to show property or function that is not observed in the bulk state thereof. For instance, when such IV group elements as silicon (Si) and germanium (Ge), which elements are hard to emit light in the bulk state thereof because they are indirect transition semiconductors, turn to become the particles of several nanometers in size, it is known that those

particles emit strong visible light in a room temperature. However, because the nanometer particle has large proportion of surface exposure atoms (The proportion amounts to 40% in the scale of 5 nm) it is extremely sensitive to the contamination of impurities and the occurrence of crystal defects so that it has been generally accepted that such particle is hard to be developed into a high-performance function device. Further, as the novel property and function of the particle as mentioned above is brought by a so-called quantum size effect or in accordance with the size thereof, it is required to put the size of the respective particles in order so as to obtain monodispersive particles for the purpose of enhancing such a novel function thereof as monochromatic light ejection and so forth.

[0 0 0 4]

Such nanometer-sized particles production methods as a colloidal method and an in-gas evaporation method are conventionally known. The colloidal method is arranged such that metallic salt is reduced in alcohol along with a polymer surface-active agent under reflux condition so as to generate metallic particles coated with the polymer compound in a colloidal state, which method belongs to a low-temperature synthetic method and is said to be easier to control the diameter of the particles so as to obtain the same in an uniform size in comparison with another similar methods. Then, such

vapor-phase growth methods as the above in-gas evaporation method by means of arc discharge and resistance heating are arranged such that not only metal but also evaporable compound are evaporated and cooled in an inert gas so as to be formed into particles.

[0005]

[Problems to be solved by the invention]

The nanometer-sized particles producible by the colloidal method are limited to the materials that are soluble in alcohol, and the particles as produced by the same method are coated with a polymer compound, the selectivity of which materials is an issue to be solved yet. Then, when the raw material of a high fusing point is an object for the above vapor-phase growth method or the in-gas evaporation method by means of arc discharge or resistance heating as mentioned above, the heating portion of the reaction chamber occupies a comparatively large space thereof and the possibility that the raw material reacts with a vaporizing pot can not be disregarded, so that it is hard to obtain high-purity particles keeping the stoichiometric composition of the raw material intact. In addition, the geometric standard deviation of the particle diameter distribution is comparatively large, so that it is difficult to put to use the particles as produced for monodispersive standard particles.

[0006]

As mentioned above, in view of the prior art, a much cleaner and trouble-free production process is sought after in order to obtain high-purity standard particles of nm size in scale.

[0007]

In view of the inconveniences encountered with the prior art, the present invention is to provide a high-purity standard particles production apparatus that allows nanometer-sized high-purity standard particles of monodispersive uniform structure, the material for which particles is wide in selection to be produced in an efficient manner with the abatement of contamination or damage thereon and the same particles.

[0008]

[Means for solving the Problems]

For solving the problems above described, the high-purity standard particles production apparatus according to the present invention comprises a particle generation chamber where high-purity particles are generated by laser ablation in an ambient gas, a particle classification chamber where high-purity standard particles of a diameter as required are classified from high-purity particles as generated in the particle generation chamber and a particle collecting chamber where high-purity standard particles as classified are collected.

[0009]

This apparatus allows nanometer-sized high-purity

standard particles of wide selectivity in material and monodispersive uniform structure to be produced and collected in an efficient manner with the abatement of contamination and damage thereon.

【0010】

As an invention having the characteristics as above described, the invention specified in claim 1 of the present invention is embodied in an apparatus comprising a particles generation chamber where high-purity particles are generated in an ambient gas by laser ablation, a particles classification chamber where high-purity standard particles of a diameter as required are classified from the high-purity particles generated in the generation chamber and a particles collecting chamber where the high-purity standard particles as classified are collected. This apparatus allows nanometer-sized high-purity standard particles of monodispersive uniform structure to be produced and collected in an efficient manner with the abatement of contamination and damage thereon.

【0011】

The invention specified in claim 2 is a high-purity standard particles production apparatus according to the present invention in which the particle classification chamber is characterized in being provided with the plurality of particle classification means, which means make the distribution width of the diameter of the standard particles

narrower.

【0012】

The invention specified in claim 3 is a high-purity standard particles production apparatus according to the present invention in which heating treatment by means of infrared radiation is performed on the high-purity standard particles at the downstream of the classification chamber of the apparatus. This apparatus can make spherical the high-purity standard particles having various shapes through cohesion and improves the crystallization thereof.

【0013】

The invention specified in claim 4 is a high-purity standard particles production apparatus according to the present invention which is characterized in being provided with a gas refining means to substantially remove the impurities contained in a raw material gas supplied as an ambient gas. This apparatus can restrain the impurities contained in such ambient gas as oxygen and the contamination of the particles as generated so as to highly purify the standard particles as produced.

【0014】

The invention specified in claim 5 is a high-purity standard particles production apparatus according to the present invention in which the particle collecting chamber is characterized in being provided with an orifice that reduces the cross section of a piping system through the passage of the

high-purity standard particles. This apparatus can enlarge the difference in pressure between the upstream and downstream locations with regard to the orifice so as to improve the ejecting speed of the standard particles from the orifice and to augment the mobility of the standard particles as ejected from the orifice while to allow the particles to be deposited with concentration, with the result that the collecting efficiency of the nanometer-sized standard particles improves.

[0015]

The invention specified in claim 6 of the present invention realizes nanometer-sized high-purity standard particles as produced by the above production apparatus, which particles are provided with monodispersive uniform structure, irrespective of the kinds of material in use.

[0016]

[Embodiments of the invention]

Hereinafter, the preferred embodiment of a high-purity standard particles production apparatus according to the present invention is described in details with reference to FIGS. 1 through 6. FIG. 1 shows one example of the whole structure of the high-purity standard particles production apparatus according to the preferred embodiment of the present invention, which apparatus comprises a particles generation chamber 101 to generate fine particles, a particles classification chamber 102 to classify the fine particle as generated according to the

diameter thereof, a standard particles heating section 103 to heat the fine particles as classified and a particles collecting chamber 104 to collect the high-purity standard particles as heated.

[0017]

Here, the basic structure of the particles generation chamber 101 is shown in FIG. 2. FIG. 2 is a sectional view of the generation chamber 101 to show the basic structure thereof. As shown in the drawing, the particles generation chamber 101 comprises a gas introduction system to introduce a carrier gas 202 (e.g. a Helium gas with the purity of 99.9999%) into a high-purity particles generation chamber 101 through a gas ejection outlet disposed in ring shape at the constant mass flow rate of Q_a (e.g. at the rate of 1.0l/min) via a gas refining means 211 and a mass flow controller 201, a target 207 (e.g. the target made from tantalum (Ta) with the purity of 99.5% and the diameter of 50 mm and the thickness of 5 mm) that is fixed on a target holder 206 provided with a rotational mechanism, which target is excited by a pulse laser beam 205 (e.g. Q-switch Nd:YAG laser to generate the secondary higher harmonic with the wavelength of 532 nm, the pulse width of 7 ns and the pulse energy of 0.5 J) which laser beam is condensed at a condenser 203 disposed at the angle of 45 degrees with regard to the carriage course of the high-purity particles and is introduced into a particles generation chamber 101 through a laser beam

introduction window 204, a particles intake pipe 209 disposed in the same growth direction as the carriage course of the high-purity particles of an ablation plume 208 that is excited with the energy density of 177 J/cm^2 by the pulse laser beam 205 and a super-high vacuum exacuation system 210 essentially consisting of a turbopump that evacuates the particles generation chamber 101 prior to the production of the high-purity particles so as to put the chamber 101 under the super-high vacuum condition of lower than 1×10^{-9} Torr. According to this arrangement, the high-purity particles are generated by laser ablation in an ambient gas.

[0018]

Then, the basic structure of the particles classification chamber 102 is shown in FIG. 3. FIG. 3 is a partly sectional side view of the classification chamber 102 to show the basic structure thereof. As shown in the drawing, the particles classification chamber 102 comprises a charge chamber 301 to charge univalent by use of a radioactive isotope, e.g. americium (Am), the high-purity particles generated at the particles generation chamber 101 and carried at the mass flow rate of Q_a , a particles inflow pipe 302 that is disposed linearly from the particles generation chamber 101 towards the particles collecting chamber 104, which pipe is equidistantly separated into four divisions, for instance, a differential mobility analyzer 303 of a double cylindrical structure into which the

charged high-purity particles are flowed from the particles inflow pipe 302 and that classifies the particles into the diameters as required, a mass flow controller 305 to introduce a sheath gas 304 (e.g. a Helium gas with the purity of 99.9999%) which gas is intended for causing a flow at the constant mass flow rate of Q_c (e.g. at the rate of 5.0 l/min) inside the differential mobility analyzer 303, into the same analyzer 303, a direct current power source 306 to form an electrostatic field between the double cylinders thereof and a sheath gas evacuate system 308 to evacuate the sheath gas at the constant mass flow rate of Q_c by means of a helical pump and as such through a high conductance evacuate pipe, which gas is controlled by a mass flow meter 307 disposed upstream to the pump. This arrangement allows the high-purity particles generated at the particles generation chamber 101 to be classified into the diameters as required.

【0019】

Here, the high-purity particles may be charged by such vacuum ultraviolet light source as excimer lamp (e.g. Ar_2 excimer lamp with the wavelength of 126 nm) or be charged by both a radioactive isotope and a vacuum ultraviolet light source.

【0020】

In addition, it is arranged that only one differential mobility analyzer is exemplified, a series of which analyzers may be disposed for further narrowing the distribution width

of the particles diameters.

【0021】

Further, the impurities contained in the sheath gas may be removed by 0.5 ppb or below so as to abate the contamination of the particles by setting up a gas refining means to the upstream of the mass flow controller 305.

【0022】

Moreover, the basic structure of the particles collecting chamber 104 is shown in FIGS. 4 and 5. FIG. 4 is a sectional view of the collecting chamber 104 to show the basic structure thereof while FIG. 5 is a sectional view to show the arrangement thereof in the neighborhood of its substrate. As shown in the drawings, the particles collecting chamber 104 comprises a nozzle 402, into which the carrier gas containing the high-purity standard particles as classified into the sole diameter at the particles classification chamber 102 through the generation chamber 101 is flowed and from an orifice 401 of which with the diameter of e.g. 4 mm the gas is emitted, which orifice is provided at the tip end of the nozzle, a collecting substrate 404 to collect the high-purity particles, which substrate is fixed onto a substrate holder 403, a super-high vacuum evacuation system 405 essentially consisting of a turbopump that evacuates the collecting chamber 104 prior to the production of the high-purity standard particles to put the same chamber into the super-high vacuum condition of lower than 1×10^{-9} Torr,

a gas evacuation system 406 essentially consisting of a helical pump to perform the differential evacuation of the carrier gas such that the particles generation chamber 101 is kept under the constant pressure (e.g. 10 Torr), a fine current measuring terminal 409 to collect the high-purity particles charged univalent so as to measure the concentration of the particles as collected as a current and an ammeter 410 to display the fine current as measured, wherein the high-purity standard particles are collected onto the substrate 404.

【0023】

Here, the production of the high-purity standard particles of the sole diameter and uniform structure is described below with reference to FIGS. 2 through 6. First, prior to the production thereof, in order to prevent the particles from being contaminated and damaged, a valve 309 as shown in FIG. 3 is closed and the particles generation chamber 101 is evacuated by the super-high vacuum evacuation system 210 as shown in FIG. 2, which system essentially consists of a turbopump so as to put the same chamber into the super-high vacuum condition of lower than 1×10^{-9} Torr, after which the system 210 is closed.

【0024】

At the same time, the particles classification chamber 102 and the particles collecting chamber 104 are evacuated by the super-high vacuum evacuation system 405 essentially consisting of a turbopump as shown in FIG. 4 so as to put the

same chamber into the super-high vacuum condition of lower than 1×10^{-9} Torr, after which the system 405 is closed.

[0025]

Then, the carrier gas 202, the concentration of the impurities of which gas is lowered by 0.5 ppb or below through the gas refining means 211, is introduced into the particles generation chamber 101 at the mass flow rate of Q_a (0.5l/min in this embodiment) by means of the mass flow controller 201 as shown in FIG. 2.

[0026]

Then, the valves 310 and 311 are opened, and the gas evacuation system 406 essentially consisting of a helical pump is controlled on the basis of the pressure applied in the particles generation chamber 101, which pump performs the differential evacuation of the carrier gas, so as to keep the chamber 101 at the constant pressure of P_1 (e.g. 10 Torr).

[0027]

Here, the surface of the target 207 is excited by the pulse laser beam 205 that is condensed as shown in FIG. 2 so as to cause ablation reaction thereon, which allows natural oxide formed on the surface thereof and such impurities as metallic or carbon compounds attached thereon to be completely removed, after which the gas evacuation system 406 is closed. At this moment, the oscillation of the pulse laser beam 205 comes to a halt.

【0028】

As described above, the removal of the natural oxide formed on the surface of the target 207 and the impurities attached thereon prevents them from being mixed into the high-purity particles in production stage.

【0029】

Then, the adjustment of the mass flow controller 201 permits the carrier gas 202, the concentration of the impurities of which gas is lowered by 0.5 ppb or below through the gas refining means 211, to be introduced into the particles generation chamber 101 at the constant mass flow rate of Q_a (at the rate of 1.0l/min under normal condition).

【0030】

At the same time, the sheath gas 304 or a high-purity rare gas (e.g. a Helium gas with the purity of 99.9999%) is introduced into the differential mobility analyzer 303 at the mass flow rate (5.0l/min under normal condition) by means of the mass flow controller 305 as shown in FIG. 3.

【0031】

Here, the gas evacuation system 406 essentially consisting of a helical pump is opened for the differential evacuation of the carrier gas such that the inside of the high-purity particles generation chamber 101 is kept under the constant pressure of P_1 (e.g. 10 Torr).

【0032】

Simultaneously, the sheath gas evacuation system 308 essentially consisting of a helical pump provided in the particles classification chamber 102 is opened, and the system 308 is controlled on the basis of the indication value of the mass flow meter 307 so that the value becomes 5.0l/min so as to evacuate the sheath gas at the constant mass flow rate of Q_c .

[0033]

The pressure loss of a conductance variable valve provided in the orifice 401 and the gas evacuation system 406 allows the inside of the particles collecting chamber 104 to be kept under the constant pressure of P_2 (e.g. 1.0 Torr).

[0034]

The sheath and carrier gases evacuation as mentioned above permits the internal pressure P_1 of the generation chamber 101, that P_2 of the collecting chamber and the mass flow rate Q_c of the evacuated sheath gas to be precisely controlled.

[0035]

Further, the alteration of the aperture in diameter of the orifice 401 to 2mm allows the difference between the internal pressures P_n of the nozzle 402 and P_2 to enlarge such that the P_n amounts to 7.4 Torr while the P_2 amounts to 0.1 Torr.

[0036]

Then, the introduction of the pulse laser beam 205 into the particles generation chamber 101 follows the oscillation

thereof. At this moment, the materials excited by the pulse laser beam 205 so as to be desorbed and ejected from the target 207 under ablation reaction dissipate away their kinetic energy to the molecules of the ambient gas so as to promote the aerial condensation and growth thereof, with the result that they grow into several tens to decimal nanometer-sized high-purity particles.

[0037]

After the particles generation chamber is evacuated under super-high vacuum condition as described above, the high-purity gas, the concentration of the impurities in which gas is lowered by 0.5 ppb or below, is introduced into the generation chamber and kept at the constant pressure of P1 under precise control, which allows nanometer-sized particles to cohere and grow while keeping their high purity intact.

[0038]

Then, the local excitation with higher energy by the pulse laser beam of short pulse width permits even such high melting point metal as tantalum (Ta) with the fusing point of 2172 degrees Centigrade and such materials as palladium (Pd) and platinum (Pt) that are prone to form an alloy with an evaporating pot made from e.g. tungsten (W) by means of an ordinary evaporating method to be generated into nanometer-sized high-purity particles by laser ablation within the ambient gas.

[0039]

Subsequently, the high-purity particles generated at the particles generation chamber 101 together with the carrier gas supplied at the constant mass flow rate of Q_a are carried into a charge chamber 301, at which chamber the particles are charged univalent by the α rays of the radioactive isotope americium (Am).

The high-purity particles charged univalent in the charge chamber 301 flow into the differential mobility analyzer 303 through the particles inflow pipe 302, which pipe is equidistantly separated into four divisions, which divisions are disposed with 90 degrees apart from each other. The high-purity particles flowed into the differential mobility analyzer 303 of double cylindrical structure are classified into the sole diameter as required (e.g. 3.0 nm) by the electrostatic field between the double cylinders, which field is formed by the direct current power source 306 charged with a voltage (e.g. -21.5 V).

[0040]

Controlling the mass inflow rate of the carrier and sheath gases to be introduced as mentioned above and the mass outflow rate thereof such that those rates become equal permits the classification precision of the differential mobility analyzer 303 to approach to a theoretical value.

[0041]

Because the high-purity standard particle of a

comparatively large diameter (e.g. of 20 nm) happen to be a cohesion mass 504 of the particles of smaller diameter (e.g. of 5nm) or below so that it is not necessarily of spherical uniform structure, it can be reshaped into a spherical particle 505 by irradiating to it infrared rays 502 radiated from a source 501 at a standard particles heating section 103 as shown in FIG. 6 through a synthetic quartz window 503 so as to subject it to heating treatment under the temperature of 1000 degrees Centigrade or above.

[0042]

Then, the high-purity standard particles as classified in the differential mobility analyzer 303 together with the carrier gas are carried through the nozzle 402 into the particles collecting chamber 104 and emitted from the orifice 401 so as to be collected onto the substrate 404.

[0043]

Here, the high-purity standard particles as classified and charged univalent immediately before being collected onto the substrate are collected at the fine current measuring terminal 409 and the transfer of electrons carried out upon the collection thereof is measured as an electric current by the ammeter 410, which allows the amount of the collected high-purity particles per unit time (e.g. circa 8×10^4 particles/cm³ at 20 pA) to be confirmed, which in turn controlling the collecting time thereof permits the number of the collected

particles to be estimated.

[0044]

Again, the alteration of the aperture in diameter of the orifice 401 to 2 mm so as to enlarge the difference between the internal pressure P_n of the nozzle 402 and that P_2 of the collecting chamber where P_n amounts to 7.4 Torr while P_2 amounts to 0.1 Torr allows the emitting speed of the carrier gas to the collecting chamber to increase as well as the mobility of the particles at the downstream of the nozzle to increase according to the lowering of the pressure P_2 , which improves the efficiency of collecting the standard particles onto the substrate by virtue of inertial force inherent in themselves.

[0045]

In addition, the application of a bias voltage (e.g. 100 V) onto the substrate 404 by means of the direct current power source 407 and the refrigeration (e.g. at -100 degrees Centigrade) of the substrate 404 with the introduction of liquefied nitrogen into a chamber 408 allow the efficiency of collecting the standard particles to further improve.

[0046]

As described above, nanometer-sized high-purity standard particles of wide selectivity in material and monodispersive uniform structure are efficiently produced with the abatement of contamination and damage thereon by means of the high-purity standard particles production apparatus according to the

present invention, which apparatus comprises a particles generation chamber to generate high-purity particles by laser ablation in an ambient gas, a particles classification chamber to classify high-purity standard particles of a diameter as required from the high-purity particles as generated in the generation chamber and a particles collecting chamber to collect the high-purity standard particles as classified.

[0047]

[Effect of the Invention]

As described above, a high-purity standard particles production apparatus together with the same standard particles as produced is provided herein, which apparatus allows nanometer-sized high-purity standard particles of wide selectivity in material and monodispersive uniform structure to be produced in an efficient manner with the abatement of the contamination and damage thereof.

[Brief Explanation of the Drawings]

[FIG. 1]

A whole structural view of a high-purity standard particles production apparatus to show one example of the preferred embodiment of the present invention.

[FIG. 2]

A sectional view of a particles generation chamber to show one example of the embodiment of the present invention above

described.

[FIG. 3]

A partly sectional view of a particles classification chamber to show one example of the preferred embodiment of the present invention above described.

[FIG. 4]

A sectional view of a particles collecting chamber to show one example of the preferred embodiment of the present invention above described.

[FIG. 5]

A sectional view of a particles collecting chamber to show the neighborhood of the substrate thereof, which is one example of the preferred embodiment of the present invention above described.

[FIG. 6]

A sectional view of a standard particles heating section of the apparatus to show one example of the preferred embodiment of the present invention above described.

[Explanation of the Reference Numerals]

- 101 particle generation chamber
- 102 particle classification chamber
- 103 standard particle heating section
- 104 particle collecting chamber
- 201 mass flow controller
- 202 carrier gas

203 condenser lens
204 laser beam introduction window
205 pulse laser beam
206 target holder
207 target
208 ablation plume
209 particles intake pipe
210 super-high vacuum exacuation system
211 gas refining means
301 charge chamber
302 particle inflow pipe
303 differential mobility analyzer
304 sheath gas
305 mass flow controller
306 direct current power source
307 mass flow meter
308 sheath gas evacuate system
401 orifice
402 nozzle
403 substrate holder
404 collecting substrate
405 super-high vacuum evacuation system
406 gas evacuation system
407 direct current power source
408 liquefied nitrogen chamber

409 fine current measuring terminal
410 ammeter
501 infrared ray source
502 infrared ray
503 synthetic quartz window
504 cohesion mass of particles
505 spherical particle

[Document's Name] Abstract

[Summary]

[Problem] A high-purity standard particles production apparatus together with the particles as produced by the same is provided, wherein nanometer-sized high-purity standard particles of wide selectivity in material and monodispersive uniform structure are efficiently produced with the abatement of contamination and damage thereon.

[Means for solving Problem] The apparatus comprises a particle generation chamber 101 to excite a semiconductor target with pulse laser beam under a low-pressure rare gas ambient so as to desorb and eject materials from the target into the ambient gas, in which those materials are condensed and grow into high-purity particles, a particle classification chamber 102 to subject the high-purity particles as generated to classification and a particle collecting chamber 103 to collect high-purity standard particles as classified onto a substrate.

[Selected Drawing] Fig. 1